

DE19515277**Patent number:** DE19515277**Publication date:** 1996-10-31**Inventor:** BERBNER HEINZ (DE); GIHR HARTMUT (DE); RACHWALSKY UWE DR (DE); ZETTLER HANS DIETER (DE)**Applicant:** BASF AG (DE)**Classification:****- international:** C08G12/32; D01F6/76; C08G12/00; D01F6/58; (IPC1-7): D01F6/74; C08G12/32; D01D5/06**- european:** C08G12/32; D01F6/76**Application number:** DE19951015277 19950426**Priority number(s):** DE19951015277 19950426**Also published as:**

WO9634133 (A1)



EP0822997 (A1)



EP0822997 (B1)



CN1182461 (C)



CA2216872 (C)

[Report a data error here](#)**Abstract of DE19515277**

A process is disclosed for producing filaments from a hydroxy- or aminoalkylmelamine-modified melamine/formaldehyde condensation product. The highly concentrated aqueous solution of a melamine/formaldehyde condensation product is filtered, extruded through a spinning nozzle, the extruded threads are dried in a dry shaft by means of hot air, and the dried threads are processed in a tempering furnace at temperatures that rise progressively up to a maximum temperature from 160 to 250 DEG C, thus hardening the pre-condensed product.

Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide

⑩ BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENTAMT

⑪ Offenlegungsschrift
⑪ DE 195 15 277 A1

⑪ Int. Cl. 6:
D 01 F 6/74
C 08 G 12/32
D 01 D 5/08

DE 195 15 277 A1

⑪ Aktenzeichen: 195 15 277.8
⑪ Anmeldetag: 28. 4. 95
⑪ Offenlegungstag: 31. 10. 96

⑦ Anmelder:

BASF AG, 67063 Ludwigshafen, DE

⑦ Erfinder:

Berbner, Heinz, 68509 Mörlenbach, DE; Gehr,
Hartmut, 67063 Ludwigshafen, DE; Rachwalsky,
Uwe, Dr., 67063 Ludwigshafen, DE; Zettler, Hans
Dieter, 67269 Grünstadt, DE

④ Verfahren zur Herstellung von Endlosfasern aus Melamin/Formaldehyd-Kondensationsprodukten

⑤ Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Endlosfasern aus einem mit Hydroxy- oder Aminoalkylmelamin modifizierten Melamin/Formaldehyd-Kondensationsprodukt. Dabei wird die hochkonzentrierte wässrige Lösung eines Melamin/Formaldehyd-Kondensationsproduktes filtriert, durch eine Spindülse gepresst, die ausgepreßten Fäden werden in einem Trockenschacht mittels heißer Luft getrocknet, und die getrockneten Fäden werden in einem Temperofen bei Temperaturen, die sukzessive auf eine Maximaltemperatur von 160 bis 250°C ansteigt, behandelt, wobei das Vorkondensat aushärtet.

nol, 4-n-Nonyl-phenol, Brenzcatechin, Resorcin, Hydrochinon, 2,2-Bis(4-hydroxyphenyl)propan, 4,4'-Dihydroxydiphenylsulfon, besonders bevorzugt Phenol, Resorcin und 2,2-Bis(4-hydroxyphenyl)propan.

Formaldehyd setzt man in der Regel als wäßrige Lösung mit einer Konzentration von zum Beispiel 40 bis 50 Gew.-% oder in Form von bei der Umsetzung mit (A) und (B) Formaldehyd liefernden Verbindungen, beispielsweise als oligomeren oder polymeren Formaldehyd in fester Form wie Paraformaldehyd, 1,3,5-Trioxan oder 1,3,5,7-Tetroxocan ein.

Für die Herstellung eines bevorzugten MF-Vorkondensats verwendet man 1 bis 50, vorzugsweise 5 bis 15 und insbesondere 7 bis 12 mol-% des substituierten Melamins sowie 0,1 bis 9,5, bevorzugt 1 bis 5 Mol-% eines der oben angeführten Phenole oder Mischungen derselben.

Zur Herstellung des Vorkondensats polykondensiert man Melamin, substituiertes Melamin und Phenol zusammen mit Formaldehyd bzw. Formaldehyd-liefernden Verbindungen. Man kann dabei alle Komponenten gleich zu Beginn vorlegen oder man kann sie portionsweise und sukzessive zu Reaktion bringen und den dabei gebildeten Vorkondensaten nachträglich weiteres Melamin, substituiertes Melamin oder Phenol zufügen.

Die Polykondensation führt man in der Regel in an sich bekannter Weise durch (s. EP-A 355 760, Houben-Weyl, Bd.14/2, S.357 ff.).

Die Reaktionstemperaturen wählt man dabei im allgemeinen in einem Bereich von 20 bis 150, bevorzugt von 40 bis 140°C.

Der Reaktionsdruck ist in der Regel unkritisch. Man arbeitet im allgemeinen in einem Bereich von 100 bis 500 kPa, bevorzugt 100 bis 300 kPa.

Man kann die Reaktion mit oder ohne Lösungsmittel durchführen. In der Regel setzt man beim Einsatz von wäßriger Formaldehydlösung kein Lösungsmittel zu. Bei Verwendung von Formaldehyd gebunden in fester Form wählt man als Lösungsmittel Wasser, wobei die verwendete Menge in der Regel im Bereich von 5 bis 40, bevorzugt von 15 bis 25 Gew.-%, bezogen auf die Gesamtmenge an eingesetzten Monomeren, liegt.

Ferner führt man die Polykondensation im allgemeinen in einem pH-Bereich oberhalb von 7 aus. Bevorzugt ist der pH-Bereich von 7,5 bis 10,0, besonders bevorzugt von 8 bis 10.

Des weiteren kann man dem Reaktionsgemisch geringe Mengen üblicher Zusätze, z. B. Amine sowie Aminoalkohole wie Diethylamin, Ethanolamin, Diethanolamin oder 2-Diethylaminoethanol, zugeben.

Als weitere Zusatzstoffe kommen Füllstoffe in Betracht, wie z. B. Metallpulver, Metallsalze oder Silikate, z. B. Kaolin, Talkum, Schwerspat, Quarz oder Kreide, ferner Pigmente und Farbstoffe.

Die Polykondensation kann man diskontinuierlich oder kontinuierlich, beispielsweise in einem Rührkessel oder in einem Extruder (s. EP-A 355 760), durchführen.

Als vorteilhaft hat sich herausgestellt, daß man zunächst in einem kontinuierlich arbeitenden Extruder oder Kneter eine Vorkondensatlösung herstellt, diese dann in einen heizbaren Rührkessel leitet, dort bei niedriger Viskosität entgast, dann weiter kondensiert bis Viskositäten von 2000–50 000 Pa·s, vorzugsweise 3000–10 000 Pa·s, erreicht werden. Es ist aber auch möglich, die gesamten Schritte Mischen, Kondensieren, Entgasen in einem Extruder durchzuführen. Es ist ferner möglich, die Lösung komplett in einem diskontinuierlich arbeitenden Rührkessel herzustellen.

Das erfindungsgemäße Verfahren wird dann in folgenden, aufeinanderfolgenden Schritten durchgeführt:

A. Zunächst wird die wäßrige Lösung des Vorkondensats mit einem Wassergehalt von 5 bis 40, vorzugsweise 10 bis 25 Gew.-% filtriert, wobei grobe Partikel und Verunreinigungen entfernt werden. Dies kann beispielsweise durch einen Tiefenfilter erfolgen.

B. Die wäßrige Lösung wird dann, mittels einer Pumpe, durch eine Spindeldüse gepresst. Diese weist 500 bis 5000 Bohrungen auf, die einen Durchmesser von 40 bis 400, vorzugsweise von 50 bis 200 µm haben. Die Einzelbohrungen sind vorzugsweise ringförmig auf einer rechteckigen Platte angeordnet. Der Druckverlust in der Düse beträgt bei Düsendurchmessern von beispielsweise 100 µm etwa 50 bar.

C. Die an der Düse austretenden Einzelfäden werden dann in einem Trockenschacht 0,5 bis 60 sec. lang mit trockener Luft umspült. Die Luft wird im Gleichstrom mit den austretenden Fäden geführt, sie weist eine Temperatur zwischen 20 und 200°C, vorzugsweise 50 bis 150°C auf. Durch diese Maßnahme werden vorzugsweise 10 bis 90% des in den Fäden enthaltenen Wassers entfernt, so daß deren Restwassergehalt weniger als 10, vorzugsweise weniger als 5 Gew.-% beträgt.

Bei einer bevorzugten Ausführungsform der Erfindung werden zusammen mit der Luft 0,1 bis 3 Gew.-%, bezogen auf das Vorkondensat eines Härtungskatalysators in den Trockenschacht zugegeben. Bevorzugte Härtungskatalysatoren sind organische Säuren, wie z. B. Ameisensäure, Essigsäure, Amidosulfinsäure oder Aminosäuren.

Beim Austritt aus dem Trockenschacht kann das Fadenbündel mittels Galetten abgezogen, mittels Draildüse durch seitlichen Anblasen mit Luft verdreht, als Endlosmaterial abgelegt oder direkt auf eine bestimmte Stapellänge geschnitten werden. An dieser Stelle können nach Bedarf Oberflächenhilfsmittel, wie z. B. Antihäufmittel und Silikonde zugegeben werden.

D. Die getrockneten Fäden werden dann in einem Temperofen 10 bis 200, vorzugsweise 40 bis 90 min. lang behandelt. Es ist wesentlich, daß die Temperatur in diesem Ofen sukzessive ansteigt. Dies kann z. B. durch aufeinanderfolgende Temperaturzonen im Ofen verwirklicht werden. Auf diese Weise kann der Ofen verhältnismäßig kurz gehalten werden. Gegebenenfalls kann in die warme Umluft noch weiterer Katalysator zugegeben werden. Die maximale Temperatur sollte 160 bis 250°C, vorzugsweise 200 bis 230°C betragen. Dabei wird das Vorkondensat vollständig ausgehärtet, so daß klebfreie Endlosfasern entstehen.

E. Diese Endlosfasern werden schließlich aufgewickelt oder geschnitten. Die Abzugsgeschwindigkeit kann in weiten Grenzen variiert werden. Üblicherweise beträgt sie 200 bis 250 m. min⁻¹.

Die erfindungsgemäßen hergestellten Endlosfasern können zu nichtbrennbaren und nichtschmelzbaren Geweben und Vliesen verarbeitet werden.

In der Abbildung ist eine bevorzugte Ausführungsform der Erfindung skizziert, deren Bezeichnungen im nachfolgenden Beispiel erläutert werden.

5
Beispiel

Das Harz wird in einem Rührkessel (1) blasenfrei hergestellt. Der Wassergehalt am Anfang der Reaktion beträgt 18%. Die Viskosität des zu verspinnenden Harzes liegt bei ca. 9000 Pa·s/25°C.

Das Harz wird über eine Pumpe (2) gefördert und mit Hilfe von Tiefenfiltern (3) aus Metall filtriert und über eine weitere Pumpe (4) durch die Spindüsen (6) gedrückt. Die Spindüse hat 900 Loch bei einem Lochdurchmesser von 100 µm. Der Durchsatz an Harz pro Loch beträgt 6 g/h.

In dem Trockenschacht (5) werden die Fasern (8) in 1,5 s durch einen Luftstrom (7) bei einer Luteintrittstemperatur von 95°C und einer Luftaustrittstemperatur von ca. 125°C abgetrocknet. Die Abzugsgeschwindigkeit beträgt 200 m/min.

Die Fasern werden als Endlosmaterial abgelegt, in einem Trockenschrank (9) in vier Temperaturstufen (100°C/130°C/160°C/220°C) jeweils 20 min lang getempert, und anschließend in (10) aufgespult.

Die Einzelfaser hat einen Durchmesser von 17 µm bei einer Festigkeit von 2,8 cN/dtex und einer Bruchdehnung von 32%.

6
Trockenschacht 0,5 bis 60 sec lang mit im Gleichstrom geführter, 20 bis 200°C trockener warmer Luft umspült und dabei auf einen Restwassergehalt von weniger als 10 Gew.-% getrocknet,

D. die getrockneten Fäden werden zu Bündeln (Fasern) zusammengeführt und in einem Temperofen 10 bis 200 min lang bei Temperaturen, die sukzessive auf eine Maximaltemperatur zwischen 160 und 250°C ansteigen, behandelt, wobei das Vorkondensat anhärtet,

E. die Fasern werden aufgewickelt oder geschnitten.

2. Verfahren nach Anspruch 1, d.g. daß das Melamin/Formaldehyd-Vorkondensat (c) 0,1 bis 10 mol-%, bezogen auf a+b+c, unsubstituierte oder substituierte Phenole einkondensiert enthält.

3. Verfahren nach Anspruch 1, d.g. daß in Stufe C zusammen mit der Luft 0,1 bis 3 Gew.-%, bezogen auf das Vorkondensat, eines Härtungskatalysators, in den Trockenschacht zugegeben wird.

4. Verwendung der nach Anspruch 1 hergestellten Fasern und Fäden zur Herstellung von nichtbrennabaren und nichtschmelzenden Geweben und Vliesen.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung von Endlosfasern aus Kondensationsprodukten von

(a) 30 bis 99 mol-% Melamin und
(b) 1 bis 70 mol-% eines substituierten Melamins der allgemeinen Formel I



in der X, X' und X'' ausgewählt sind aus der Gruppe bestehend aus $-\text{NH}_2$, $-\text{NHR}$ und $-\text{NRR}'$, und X, X' und X'' nicht gleichzeitig $-\text{NH}_2$ sind, und R und R' ausgewählt sind aus der Gruppe bestehend aus Hydroxy- $\text{C}_2\text{-C}_n\text{alkyl}$, Hydroxy- $\text{C}_2\text{-C}_n\text{alkyl-(oxa-}\text{C}_2\text{-C}_n\text{alkyl)}_n$, mit $n = 1$ bis 5, und Amino- $\text{C}_2\text{-C}_{12}\text{alkyl}$, oder Mischungen von Melaminen I,

55
mit
Formaldehyd oder Formaldehyd-liefernden Verbindungen, wobei das Molverhältnis von Melaminen zu Formaldehyd im Bereich von 1 : 1 bis 1 : 4,5 liegt, durch Verspinnen einer hochkonzentrierten wässrigen Lösung der Melamin/Formaldehyd-Vorkondensats, Verdampfen des Wassers und Härteten des Vorkondensats, gekennzeichnet durch folgende Verfahrensschritte:

A. eine wässrige Lösung des Vorkondensats mit einem Wassergehalt von 5 bis 40 Gew.-% wird zur Entfernung von groben Partikeln und Verunreinigungen filtriert,

B. die blasenfreie wässrige Lösung wird durch eine Spindüse mit 500 bis 5000 Bohrungen eines Durchmessers von 40 bis 400 µm gedrückt,

C. die ausgepreßten Fäden werden in einem

Hierzu 1 Seite(n) Zeichnungen

- Leereite -

